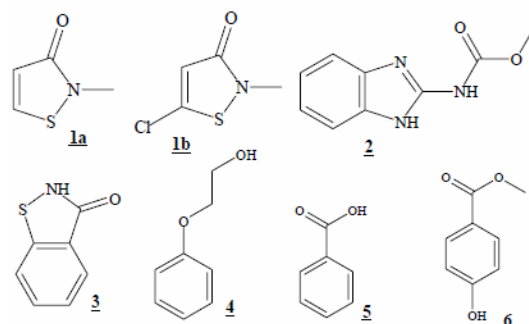


Application Note No. 720001833J

概要

ACQUITY UPLC™/PDAによるバイオサイドの分析(Ⅰ)では、バイオサイド6化合物を分析時間3分で分離するメソッドを開発し、PDAライブラリ検索・純度検定の有用性を、定量結果とともに示しました。Ⅰこのアプリケーションノートでは続編として、カスタム計算式※による定量結果の自動合否判定についてご紹介します。Empower2ソフトウェアでシンプルなカスタム計算式を作成し、サンプル中のバイオサイド成分濃度が設定値に対し合格か不合格かを判定させました。このようなタイプのカスタム計算式の利用は、生産性の向上だけでなく、ヒューマンエラーを防ぐためにも役立ちます。

構造式



サンプルと化合物名称

Kathon※ CG/ICP;

1a 2-methyl-4-isothiazolin-3-one; 0.4%

1b 5-chloro-2-methyl-4-isothiazolin-3-one; 1.2%

2 Carbendazim

3 Benzisothiazol-3(2H)-one

4 2-phenoxyethanol

5 Benzoic acid

6 Methylparaben

※Kathonはローム・アンド・ハース社の商標です。

分析条件

装置

Waters ACQUITY UPLC™ PDAシステム

ソフトウェア: Empower2

カラム: ACQUITY UPLC BEH C18
2.1 × 50 mm, 1.7 μm

カラム温度: 30°C

移動相: A) 0.05 % TFA/水
B) 0.05 % TFA/アセトニトリル

流速: 1.0 mL/min.

グラジェント: 5%Bから15%Bまで2.9分

弱洗浄溶媒: 水/アセトニトリル 95/5

強洗浄溶媒: 水/アセトニトリル 50/50

注入量: 5 μl

検出器: PDA 210-500nm

サンプリング速度: 20ポイント/秒



Acquity™
Ultra Performance LC

Empower2
software

図1. カスタムフィールド新規作成ウィザード
データと種類の設定

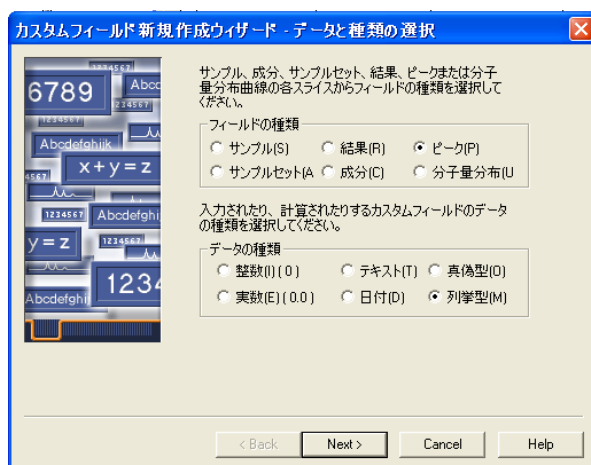


図2. カスタムフィールド新規作成ウィザード
入力元の設定

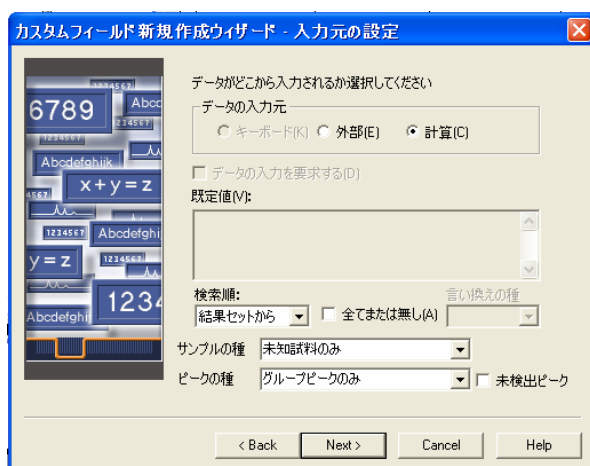
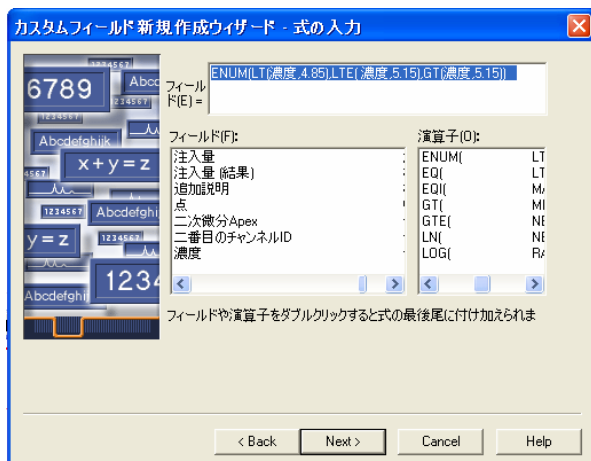


図3. カスタムフィールド新規作成ウィザード
式の入力



バイオサイドのQC評価基準の例

Kathon 濃度 < 4.85ppm: 不合格

Kathon 濃度 > 5.15ppm: 不合格

4.85ppm < Kathon 濃度 < 5.15ppm: 合格

カスタム計算式の作成

1. Empower2ソフトウェアのメインメニューから「システムの管理」をクリックしシステム管理ウィンドウに入ります。ツリーの中の「プロジェクト」をクリックします。

2. 使用しているプロジェクト名を選び、右クリックから「プロパティ」をクリックします。

3. 「カスタムフィールド」タブをクリックし、「新規作成」をクリックしてカスタムフィールド新規作成ウィザードに入ります。

4. データと種類の設定画面(図1)で、フィールドの種類は「ピーク」を、データの種類は「列挙型」を選びます。次に進みます。

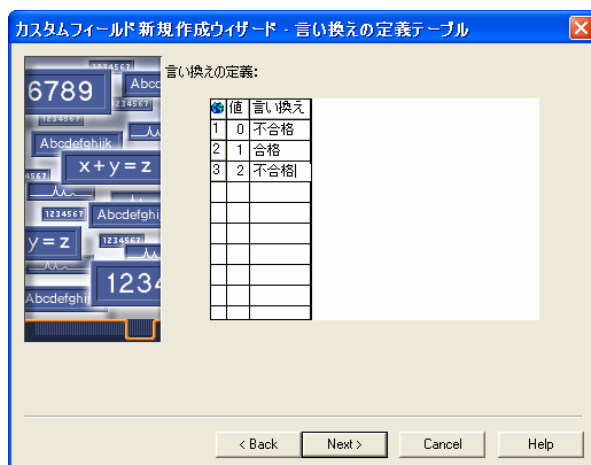
5. 入力元の設定画面(図2)で、データの入力元は「計算」を、サンプルの種類は「未知試料のみ」、ピークの種類は「グループピークのみ」を選びます。次に進みます。

6. 式の入力画面(図3)で、フィールドと演算子の中の文字や記号を使用して以下の式を作成します。

ENUM(LT(4.85),LTE(5.15),GT(5.15))

次に進みます。

図4. カスタムフィールド新規作成ウィザード
言い換えの定義テーブル



7. 言い換えの定義の画面(図4)で、値0の言い換えとして「不合格」、値1の言い換えとして「合格」、値2の言い換えとして「不合格」を入力します。次に進みます。

8. 名前の入力画面(図5)で、このカスタム計算式の名前として「合否判定」と入力します。カスタムフィールド新規作成ウィザードを終了します。

図5. カスタムフィールド新規作成ウィザード
名前の入力

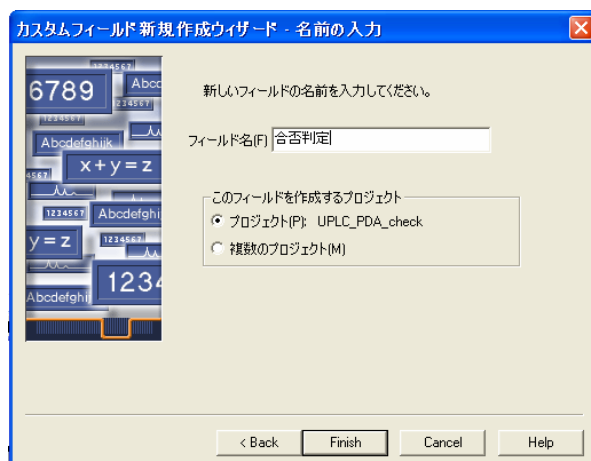
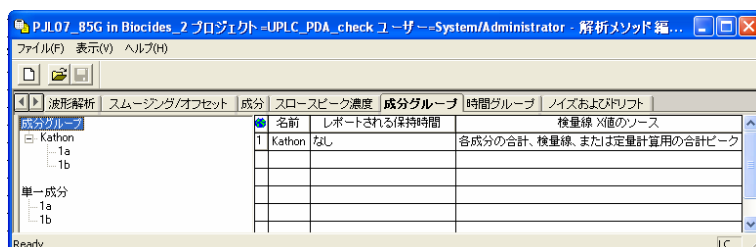


図6. カスタムフィールドの編集画面



成分グループの作成

使用している解析メソッドウィンドウ(図6)で、「成分グループ」タブをクリックします。テキストボックスの名前に「Kathon」を入力し、検量線X値のソースに「各成分の合計、検量線、または定量計算用の合計ピーク」を選びます。ツリーの単一成分にある「1a」と「1b」をドラッグして、ツリーの成分グループの中に作成された「Kathon」に移動します。解析メソッドを保存します。

図7. バイオサイドサンプルのUPLC™クロマトグラム

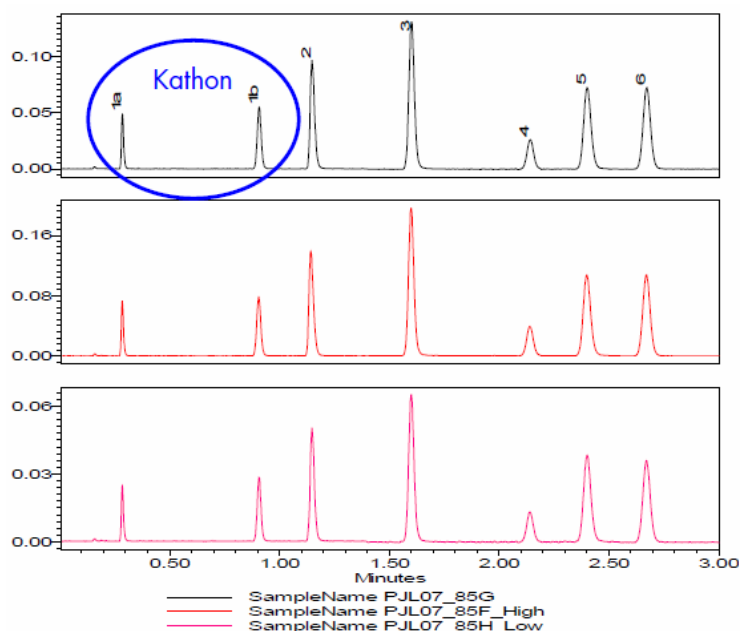


表1. バイオサイド試験の合否判定結果

	サンプル名	名前	濃度 (ppm)	合否判定
1	PJI07_85G	Kathon	5.03	合格
2	PJI07_85H_Low	Kathon	2.57	不合格
3	PJI07_85F_High	Kathon	7.43	不合格

まとめ

Waters ACQUITY UPLC™/PDAシステムとEmpower2ソフトウェアを用いた自動定量とカスタム計算式を利用し、バイオサイド化合物の分析から合否判定までが迅速に行えます。このような自動定量法は、開発から品質管理・品質保証に及ぶ分析ラボにおいて正確性と生産性を向上させることに役立ちます。

※Empower2の解析メソッドの作成・濃度の入力・検量線の作成など一般の定量のための操作手順については、Empower2ヘルプ画面を参照ください。

図7にバイオサイド3サンプルのUPLC™クロマトグラムを示します。解析メソッド中の成分グループの作成によって、Kathon濃度(1aと1bの合計)が計算され、カスタム計算式によってその計算結果が合格の範囲にあるか不合格の範囲にあるかを判定します。

表1に図7に示した3サンプルの合否判定結果を示します。1番目のサンプルはKathon濃度定量結果(1aと1bの合計)が5.03ppmであり、合格と判定されました。2番目と3番目のサンプルはKathon濃度の定量結果が判定基準から外れているため、不合格と判定されました。

参考文献

1. P. J. Lee, A. J. Di Gioia, ACQUITY UPLC™/PDA ANALYSIS OF BIOCIDES (PART 1), Waters Corporation, Application Note, 2006.
2. Empower\Help\Custom Field.

Waters

日本ウォーターズ株式会社 www.waters.co.jp

東京本社 〒140-0001 東京都品川区北品川 1-3-12 第5小池ビル

TEL 03-3471-7191 FAX 03-3471-7118

大阪支社 〒532-0011 大阪市淀川区西中島 5-14-10 カトキチ新大阪ビル 11F

TEL 06-6304-8888 FAX 06-6300-1734

ショールーム

東京 大阪

テクニカルセンター

東京 大阪 名古屋 福岡 静岡

